

#5



Docket No. 210385US0/dlb

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Katsumi ABE, et al. GAU: 1753
SERIAL NO: 09/893,684 EXAMINER:
FILED: June 29, 2001
FOR: METHOD FOR PURIFYING ELECTRONIC ITEM MATERIAL

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number [US App No], filed [US App Dt], is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	2000-199334	June 30, 2000

RECEIVED
SEP 19 2001
TC 1700

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
 - ☐ are submitted herewith
 - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

WILLIAM E. BEAUMONT
REGISTRATION NUMBER 30,996

Norman F. Oblon
Registration No. 24,618



22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 10/98)

09/893,684



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 6月30日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-199334

出 願 人
Applicant(s):

保土谷化学工業株式会社

RECEIVED

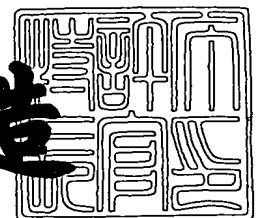
SEP 19 2001

TC 1700

2001年 8月 3日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3069253

【書類名】 特許願

【整理番号】 P0025RC0

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 C07B 63/04

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市御幸が丘4 5 番地 保土谷化学工業株式会社 筑波研究所内

【氏名】 阿部 勝美

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市御幸が丘4 5 番地 保土谷化学工業株式会社 筑波研究所内

【氏名】 西村 朋則

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市御幸が丘4 5 番地 保土谷化学工業株式会社 筑波研究所内

【氏名】 渡邊 隆信

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市御幸が丘4 5 番地 保土谷化学工業株式会社 筑波研究所内

【氏名】 鈴鹿 進

【特許出願人】

【識別番号】 000005315

【住所又は居所】 神奈川県川崎市幸区堀川町6 6 番地2

【氏名又は名称】 保土谷化学工業株式会社

【代表者】 天野 明彦

【電話番号】 (044)549-6627

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 045621

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電子製品材料の精製方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を 65℃～200℃で活性白土と接触させることを特徴とする電子製品材料の精製方法。

【請求項 2】 前記した該溶液を 80℃～130℃で活性白土と接触させることを特徴とする請求項 1 記載の電子製品材料の精製方法。

【請求項 3】 電子製品材料が電子写真感光体用材料であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載の電子製品材料の精製方法。

【請求項 4】 電子製品材料が有機電界発光素子材料であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載の電子製品材料の精製方法。

【請求項 5】 電子製品材料が電荷輸送材料であることを特徴とする請求項 1～請求項 4 記載の電子製品材料の精製方法。

【請求項 6】 電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を 65℃～200℃で活性白土と接触させる精製方法によって精製された電子製品材料又はその中間体。

【請求項 7】 電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を 80℃～130℃で活性白土と接触させる精製方法によって精製された電子製品材料又はその中間体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真方式の複写機、プリンター、ファクシミリ等を使用される電子写真用感光体用電荷輸送材料を中心とする電子製品材料またはその中間体を精製する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

電荷輸送材料として用いる物質は、電子写真用感光体として用いる場合に初期か

ら長時間使用後まで安定した性能を得るため高純度の材料が要求されている。通常、その性能を満たすためには、製造した粗製品を精製する行程が必須である。吸着材による精製方法として、活性白土と活性炭を組み合わせる方法が特開昭 6 0 - 2 3 3 1 5 6 号公報に、活性白土精製後に活性シリカで精製する方法が特開平 4 - 3 1 0 9 6 2 号公報に開示されている。これらは数種類の吸着材を組み合わせる方法であるが、さらに同一の吸着材を使用しても、その処理操作を 2 回以上繰り返すことで精製効果を上げる方法が、特開平 7 - 5 6 3 6 5 号公報に開示されている。以上のような方法の場合は多種の吸着材を必要とすることによる、原材料費増加の問題や、同一処理操作を繰り返すことによるコスト上昇の問題がある。また活性炭、活性白土等の吸着材による処理によって、電子写真感光体として要求される電気特性が満足できるものを得ることができるともあるが、どうしても満足できる水準に到達できない場合もしばしばあった。一方、高純度品を得るための昇華による精製方法では、低収率であり、また工業的にも難点がある等の諸問題があった。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は電子写真用の電荷輸送材料として量産でき、しかも良好な感度、残留電位等の電気特性が得られ、また疲労時の特性変化が少ない電子写真用感光体を得るため、電気特性を劣化させるような不純物を含有せず、電気特性を満足させる電荷輸送材料のための精製方法を提供し、さらに同様の観点から電子製品材料のための精製方法を提供することを目的としている。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは電荷輸送材料を量産化でき、かつ電気特性を満足できる精製方法について鋭意検討を重ねた結果、活性白土を使用した処理において、この処理をある一定の温度条件下で行なうことにより電気特性を大幅に向上させることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち本発明は電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を 6 5 ℃ ～ 2 0 0 ℃ で活性白土と接触させることを特徴とする電子製品材料の精製方法である。

【0005】

また、本発明は前記した該溶液を好ましくは80℃～130℃で活性白土と接触させることを特徴とする電子製品材料の精製方法である。

【0006】

詳細には、本発明の電子製品材料は電子写真感光体用材料であり、有機電界発光素子材料であり、電荷輸送材料である。

【0007】

さらに本発明は、電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を65℃～200℃、好ましくは80℃～130℃で活性白土と接触させる精製方法によって精製された、電子製品材料又はその中間体である。

【0008】

活性白土による精製の場合、通常の処理方法では一部の不純物を除去することはできるが、長時間処理しても大きな改善効果は望めない。室温付近の温度では長時間接触させても、繰り返し何回も接触させても、活性白土の量を多くしても最初の効果以上の改善が見られない。しかしながら処理温度を65℃以上、好ましくは80℃以上にすることで、室温付近ではできなかった特性改善が更に可能となる。

【0009】

本発明の電荷輸送材料としてはアリアルアミン誘導体、ベンジジン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体などが挙げられる。例えばアリアルアミン誘導体（特開昭57-195254号、特開平2-190863号、同3-285960号、同6-214412号、同6-317918号、同7-84390号、同7-281462号、同9-258465号各公報に記載）、ベンジジン誘導体（特開昭54-58445号、特開平6-148915号、同6-214412号、同7-126226号、同7-188130号、特公昭39-11546号、同58-32372号、特許第2539641号各公報に記載）、ヒドラゾン誘導体（特開昭55-46760号、同55-154955、同55-156954号、同55-52063号、同56-81850号、特開平10-31319号、特公昭60-34099号各公報に記載）、スチルベン誘導体（特開昭

57-73075号、同57-205437号、同58-198043号、特開平8-211636号、同9-208549号、同9-216877号、同9-328456号、同10-148952号、特公平3-39306号各公報に記載）、スチリル誘導体（特開平7-281462号公報に記載）、ジスチルベン誘導体（特開平3-253861号、特公平7-13741号、特許第2552695号各公報に記載）、トリスチリル誘導体（特開平8-295655号公報に記載）、ジエチル芳香族化合物（特許第2529299号公報に記載）、ブタジエン誘導体（特開平1-149055号公報に記載）などが挙げられる。これらの中でも特にベンジジン誘導体に対して効果的である。電荷輸送材料は主に電子写真感光体用材料として使用され、有機電界発光素子用材料としても使用されている。これらの用途では特定の不純物が存在すると、それが極微量ではあっても電子写真感光体等の性能に与える悪影響は極めて大きい。このような特定の不純物を的確に除去できるのが、本発明の精製方法の特長である。過去、石油製品の脱色や不純物除去に活性白土が使用されてきたが、本発明の精製方法は電荷輸送材料に限定されるものではなく、特定の不純物が極微量ではあっても電気的作用、電子的作用等に対して多大の悪影響を与える電子製品材料において極めて有効である。また、本発明の精製方法を特定の中間体の段階で適用することによって、最終段階の化合物の電気特性を確実に向上させることも可能である。

【0010】

【発明の実施の形態】

活性白土とは、カオリン、ベントナイト、パーライト、ボーキサイト、酸性白土等の天然鉱物及び酸性白土等を硫酸処理により活性化させた活性白土等が使用できる。これら化合物の主要元素を含有する活性アルミナ及びシリカゲルも使用できる。好適には活性化された活性白土があげられ、日本活性白土株式会社（商品名：活性白土）や水澤化学工業株式会社（商品名ガレオンアース、ガレオナイト）等で一般に製造販売されているものを使用できる。

【0011】

一般に粉状の活性白土として、水分12%以下又は5%以下、粉末度200メッシュ通過85%以上、遊離酸2mg KOH/g以下、見掛け比重0.45～0.

85のものが好適に使用される。また、粒状の活性白土としては、水分12%以下又は5%以下、粉末度15～30メッシュ、30～60メッシュ、8～16メッシュ、遊離酸2mg KOH/g以下、見掛け比重0.55～0.75のものが好適に使用される。さらに、表面積 $150\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、酸性度10～30m.e./100gで SiO_2 70～85%、 Al_2O_3 6～15%を主成分とするものが好適に使用される。

【0012】

使用される活性白土は電子製品材料の重量部に対して、10%重量部以上使用することができ、好ましくは20～100%重量部である。処理方法としては、電子製品材料を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を活性白土と接触させる。接触後、ろ過機によって溶液と廃白土を分離する。

【0013】

処理温度は通常65～200℃であり、好ましくは、80～130℃の範囲である。接触時間は任意に選択できるが10分以上が好ましい。更に好ましくは20～200分である。

【0014】

用いられる有機溶媒は電荷輸送材料を溶解するものであれば特に制限はないが、特に脂肪族及び芳香族の炭化水素類が好ましい。好適にはトルエン、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン、*o*-シメン、*m*-シメン、*p*-シメン、アニソール、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、*n*-デカン、*n*-ドデカン、2,3-ジメチルヘキサン、2-メチルヘプタン、2-メチルヘキサン、3-メチルヘキサン、エチルキシレン、エチルトルエン、エチルアニソール、ジメチルヘプタン等が挙げられ、単独でまたは混合溶媒で使うことができる。

【0015】

接触後のろ過は、使用溶媒と設備の許す範囲で高温で行った方が効率は良いが、冷却後に行っても差し支え無い。

【0016】

本発明ににおいて活性白土を添加する時期は、電子製品材料を有機溶剤に溶解させる前でも、溶解させた後でも良い。活性白土は1度に全量加えても、数回に分

けて加えても良い。

【0017】

電荷輸送材料の場合であれば、活性白土で接触処理する方法としては有機溶剤に電荷輸送材料を溶解させ、その溶液中に活性白土を加え、65～200℃から選択した温度で20分以上、攪拌して接触させる。接触後に廃活性白土をろ別する。このような精製方法で得られた電荷輸送材料は、電気特性を満足できるものである。

【0018】

【実施例】

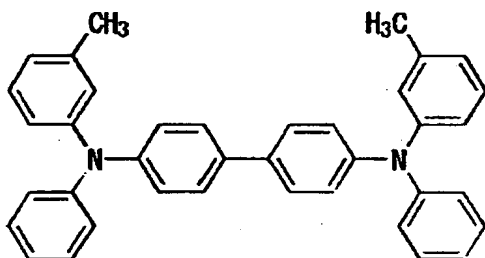
以下実施例に基づき具体的に説明する。

【実施例1】

電荷輸送剤としてベンジジン化合物（電荷輸送剤No. 1）

【0019】

【化1】



【0020】

10gをトルエン60gに溶解させ、活性白土マル強（日本活性白土株式会社製）10gを加えて100℃で1時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール240gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.1g（収率81%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行い、純度99.7%の結果を得た。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し、電子写真特性評価

を行った。

【0021】

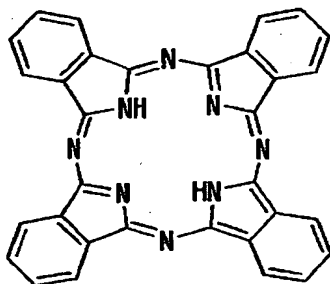
アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミランCM-8000）2.5部をメタノール／n-ブタノール＝1：1（W／W）混合溶液100部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着PETフィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下110℃で10分間乾燥して膜厚0.2 μ mの下引き層を形成した。

【0022】

一方電荷発生剤として α 型メタルフリーフタロシアニン（電荷発生剤No. 1）

【0023】

【化2】



【0024】

1.5部およびポリビニルブチラル樹脂（エスレックBL-S、積水化学工業（株）製）の3%シクロヘキサノン溶液50部に加え、ポットミルにて24時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間乾燥して膜厚0.5 μ mの電荷発生層を形成した。

【0025】

一方電荷輸送剤として電荷輸送剤No.1の処理品1.5部をポリカーボネート樹脂（ユーピロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μ mの電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製し

た。

【0026】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所(株)製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで $1.0\mu\text{W}/\text{cm}^2$ の780nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}(\mu\text{J}/\text{cm}^2)$ および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0027】

〔比較例1〕

ベンジジン化合物（電荷輸送剤No. 1）10gをトルエン60gに溶解させ、活性白土マル強10gを加えて50℃で1時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール240gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.1g（収率81%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行い、純度99.6%の結果を得た。得られた処理品を使用して実施例1と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

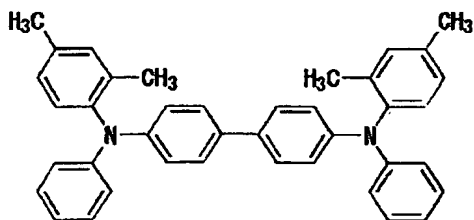
【0028】

〔実施例2〕

実施例1における電荷輸送剤No. 1を用いる代わりに下記ベンジジン化合物（電荷輸送剤No. 2）

【0029】

〔化3〕



【 0 0 3 0 】

を実施例 1 と同様の処理を行い、処理品 8. 0 g (収率 8 0 %) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 9 % であった。

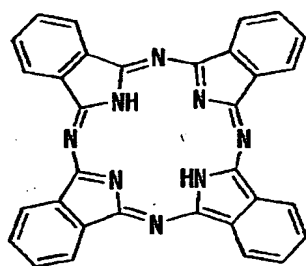
得られた処理品を使用して実施例 1 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【 0 0 3 1 】

電荷発生剤は、実施例 1 において電荷発生剤 N o. 1 を用いる代わりに τ 型メタルフリーフタロシアニン (電荷発生剤 N o. 2) を用いた。

【 0 0 3 2 】

【化 4】



【 0 0 3 3 】

【比較例 2】

ベンジジン化合物 (電荷輸送剤 N o. 2) を比較例 1 と同様の処理を行い、処理品を 8. 1 g (収率 8 1 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 8 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 2 と同様の手順で感光体を作製し電子写真評価を行った。

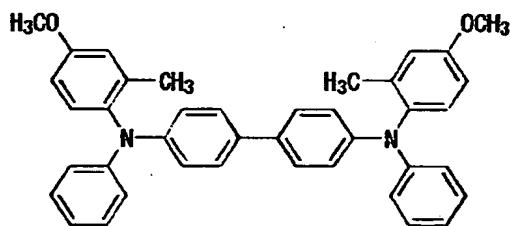
【 0 0 3 4 】

【実施例 3】

実施例 1 における電荷輸送剤 N o. 1 を用いる代わりに下記ベンジジン化合物 (電荷輸送剤 N o. 3)

【 0 0 3 5 】

【化5】



【0036】

を実施例1と同様の処理を行い、処理品8.3g（収率83%）を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.7%であった。

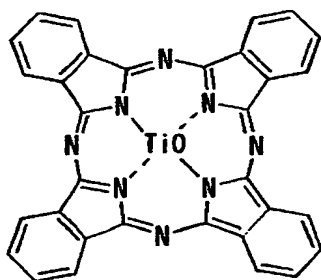
得られた処理品を使用して実施例1と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0037】

電荷発生剤は、実施例1における電荷発生剤No. 1を用いる代わりに α 型オキシチタニルフタロシアニン（電荷発生剤No. 3）を用いた。

【0038】

【化6】



【0039】

〔比較例3〕

ベンジジン化合物（電荷輸送剤No. 3）を比較例1と同様の処理を行い、処理品を8.2g（収率82%）得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.5%であった。

得られた処理品を使用して実施例 3 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

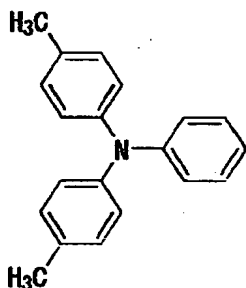
【0040】

〔実施例 4〕

実施例 1 における電荷輸送剤 No. 1 を用いる代わりに下記アミン化合物（電荷輸送剤 No. 4）

【0041】

〔化 7〕



【0042】

を実施例 1 と同様の処理を行い、処理品 8.0 g（収率 80%）を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.9%であった。

得られた処理品を使用して実施例 3 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0043】

〔比較例 4〕

アミン化合物（電荷輸送剤 No. 4）を比較例 1 と同様の処理を行い、処理品を 8.1 g（収率 81%）得た。同様に純度分析を行い、純度は 99.8%であった。

得られた処理品を使用して実施例 3 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

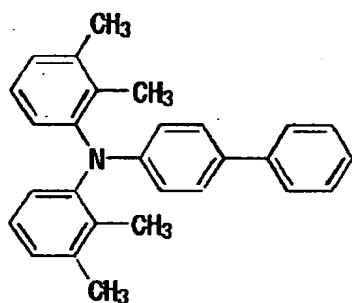
【0044】

〔実施例 5〕

実施例 1 における電荷輸送剤 N o. 1 を用いる代わりに下記アミン化合物（電荷輸送剤 N o. 5）

【 0 0 4 5 】

【化 8】



【 0 0 4 6 】

を実施例 1 と同様の処理を行い、処理品 7. 8 g（収率 7 8 %）を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 7 %であった。

得られた処理品を使用して実施例 3 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【 0 0 4 7 】

〔比較例 5〕

アミン化合物（電荷輸送剤 N o. 5）を比較例 1 と同様の処理を行い、処理品を 7. 8 g（収率 7 8 %）得た。同様に純度分析を行い、純度は 9 9. 6 %であった。

得られた処理品を使用して実施例 3 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

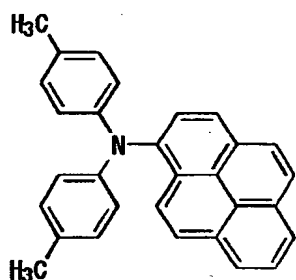
【 0 0 4 8 】

〔実施例 6〕

実施例 1 における電荷輸送剤 N o. 1 を用いる代わりに下記アミン化合物（電荷輸送剤 N o. 6）

【 0 0 4 9 】

【化 9】



【0050】

を実施例 1 と同様の処理を行い、処理品 7.6 g (収率 76%) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.8% であった。

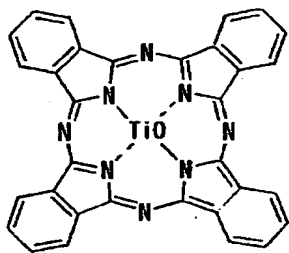
得られた処理品を使用して実施例 1 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0051】

電荷発生剤は、実施例 1 における電荷発生剤 No. 1 を用いる代わりに γ 型オキシチタニルフタロシアニン (電荷発生剤 No. 4) を用いた。

【0052】

【化 10】



【0053】

[比較例 6]

アミン化合物 (電荷輸送剤 No. 6) を比較例 1 と同様の処理を行い、処理品を 7.5 g (収率 75%) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.6

%であった。

得られた処理品を使用して実施例 6 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

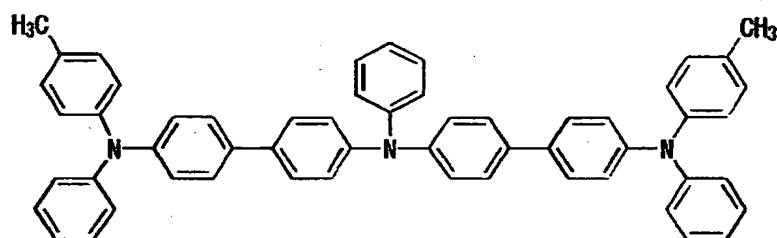
【0054】

〔実施例 7〕

電荷輸送剤としてベンジジン化合物（電荷輸送剤 No. 7）

【0055】

【化 1 1】



【0056】

10 g を p-キシレン 70 g に溶解させ、活性白土マル T（日本活性白土株式会社製）10 g を加えて 130℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 300 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 9.0 g（収率 90%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）により純度分析を行った。純度は 99.7% であった。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0057】

アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミラン CM-8000）2.5 部をメタノール／n-ブタノール = 1 : 1（W/W）混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0058】

一方電荷発生剤として α 型メタルフリーフタロシアニン（電荷発生剤No. 1）
 1. 5部およびポリビニルブチラル樹脂（エスレックBL-S、積水化学工業（株）製）の3%シクロヘキサノン溶液50部に加え、ポットミルにて24時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間乾燥して膜厚0.5 μ mの電荷発生層を形成した。

【0059】

一方電荷輸送剤として処理品1. 5部をポリカーボネート樹脂（ユーピロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μ mの電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0060】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.0 μ W/cm²の780nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ （ μ J/cm²）および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0061】

〔比較例7〕

ベンジジン化合物（電荷輸送剤No. 7）10gをp-キシレン70gに溶解させ、活性白土マルT10gを加えて50℃で1時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール300gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.9g（収率89%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行い、純度99.6%の結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例7と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

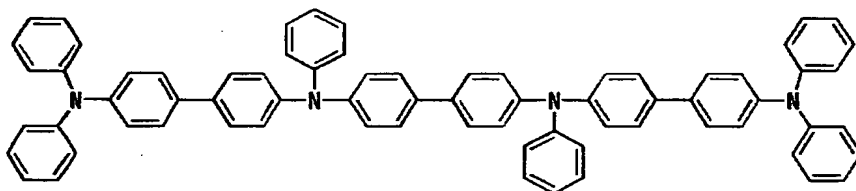
【0062】

[実施例 8]

実施例 7 における電荷輸送剤 No. 7 を用いる代わりに下記ベンジジン化合物（電荷輸送剤 No. 8）

【0063】

【化 12】



【0064】

を実施例 7 と同様の処理を行い、処理品 9.2 g（収率 92%）を得た。同様に純度分析を行った。純度は 99.8% であった。

得られた処理品を使用して実施例 7 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0065】

電荷発生剤は、実施例 7 における電荷発生剤 No. 1 を用いる代わりに α 型オキソチタニルフタロシアニン（電荷発生剤 No. 3）を用いた。

【0066】

[比較例 8]

ベンジジン化合物（電荷輸送剤 No. 8）を比較例 7 と同様の処理を行い、処理品を 9.1 g（収率 91%）得た。同様に純度分析を行った。純度は 99.5% であった。

得られた処理品を使用して実施例 7 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

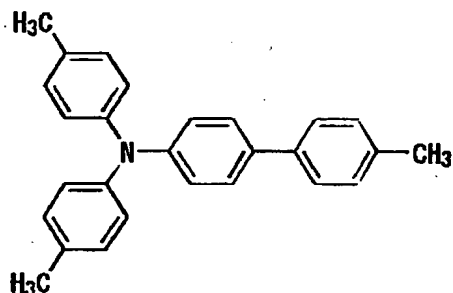
【0067】

[実施例 9]

電荷輸送剤としてアミン化合物（電荷輸送剤 No. 9）

【0068】

【化13】



【0069】

10 g をトルエン 55 g に溶解させ、ガレオンアース V₂ (水澤化学工業株式会社製) 10 g を加えて 90℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 250 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 8.6 g (収率 86%) を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー (島津製作所製 HPLC-6A) によって分析を行い、純度 99.5% の結果を得た。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0070】

アルコール可溶性ナイロン (東レ: アミラン CM-8000) 2.5 部をメタノール / n-ブタノール = 1 : 1 (W/W) 混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0071】

一方電荷発生剤として γ 型オキソチタニルフタロシアニン (電荷発生剤 No. 4) 1.5 部およびポリビニルブチラル樹脂 (エスレック BL-S、積水化学工業(株)製) の 3% シクロヘキサノン溶液 50 部に加え、ポットミルにて 24 時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布

し、常圧下 110℃ で 30 分間乾燥して膜厚 0.5 μm の電荷発生層を形成した。

【0072】

一方電荷輸送剤として処理品 1.5 部をポリカーボネート樹脂（ユーピロン Z、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の 10% トルエン溶液 12 部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下 110℃ で 30 分間、更に減圧下で 2 時間乾燥して膜厚 22 μm の電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0073】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で -6 kV のコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで 1.0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ の 780 nm の単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$) および光を 5 秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表 1-1 に示した。

【0074】

〔比較例 9〕

アミン化合物（電荷輸送剤 No. 9）10 g をトルエン 55 g に溶解させ、ガレオンアース V_2 （水澤化学工業株式会社製）10 g を加えて 45℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 250 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 8.7 g（収率 87%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行い、純度 99.4% の結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

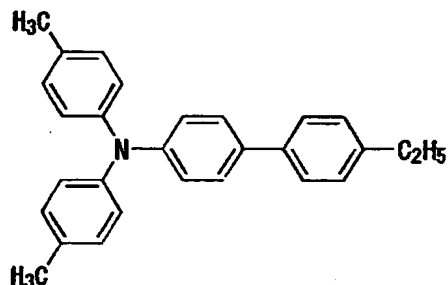
【0075】

〔実施例 10〕

実施例 9 において電荷輸送剤 No. 9 を用いる代わりに下記アミン化合物（電荷輸送剤 No. 10）

【 0 0 7 6 】

【 化 1 4 】



【 0 0 7 7 】

を実施例 9 と同様の処理を行い、処理品 8. 4 g (収率 8 4 %) を得た。同様に純度分析を行った。純度は 9 9. 6 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【 0 0 7 8 】

電荷発生剤は、実施例 9 において電荷発生剤 N o. 4 を用いる代わりに α 型オキシチタニルフタロシアニン (電荷発生剤 N o. 3) を用いた。

【 0 0 7 9 】

【 比較例 1 0 】

アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 0) を比較例 9 と同様の処理を行い、処理品を 8. 5 g (収率 8 5 %) 得た。同様に純度分析を行った。純度は 9 9. 4 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 1 0 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

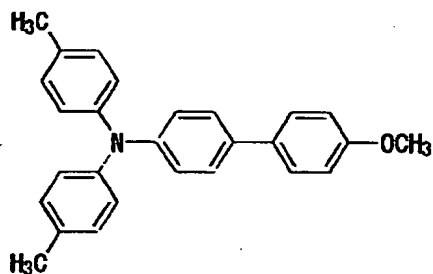
【 0 0 8 0 】

【 実施例 1 1 】

実施例 9 において電荷輸送剤 N o. 9 を用いる代わりに下記アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 1)

【 0 0 8 1 】

【化 1 5】



【0 0 8 2】

を実施例 9 と同様の処理を行い、処理品 8.4 g (収率 84 %) を得た。同様に純度分析を行った。純度は 99.4 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 0 8 3】

電荷発生剤は、実施例 9 における電荷発生剤 N o. 4 を用いる代わりに α 型メタルフリーフタロシアニン (電荷発生剤 N o. 1) を用いた。

【0 0 8 4】

【比較例 1 1】

アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 11) を比較例 9 と同様の処理を行い、処理品を 8.4 g (収率 84 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.3 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 11 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

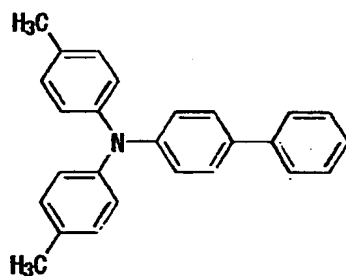
【0 0 8 5】

【実施例 1 2】

実施例 9 において電荷輸送剤 N o. 9 を用いる代わりに下記アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 12)

【0 0 8 6】

【化 1 6】



【0 0 8 7】

を実施例 9 と同様の処理を行い、処理品 8. 6 g (収率 8 6 %) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 8 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 0 8 8】

電荷発生剤は、実施例 9 における電荷発生剤 N o. 4 を用いる代わりに π 型メタルフリーフタロシアニン (電荷発生剤 N o. 2) を用いた。

【0 0 8 9】

[比較例 1 2]

アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 2) を比較例 9 と同様の処理を行い、処理品を 8. 5 g (収率 8 5 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 7 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 1 2 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

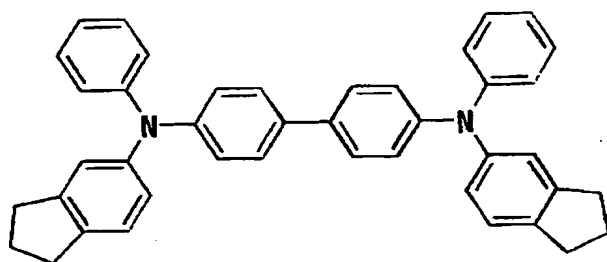
【0 0 9 0】

[実施例 1 3]

実施例 9 において電荷輸送剤 N o. 9 を用いる代わりに下記ベンジジン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 3)

【0 0 9 1】

【化 1 7】



【0 0 9 2】

を実施例 9 と同様の処理を行い、処理品 8. 9 g (収率 8 9 %) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 7 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 0 9 3】

〔比較例 1 3〕

ベンジジン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 3) を比較例 9 と同様の処理を行い、処理品を 8. 9 g (収率 8 9 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 5 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 9 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

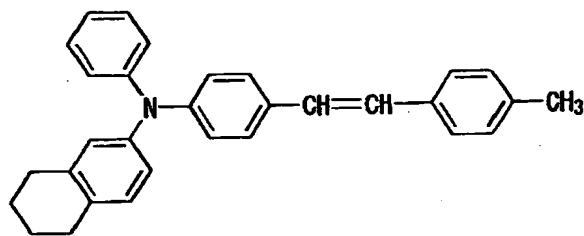
【0 0 9 4】

〔実施例 1 4〕

電荷輸送剤としてスチルベン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1 4)

【0 0 9 5】

【化 1 8】



【0 0 9 6】

10 g をトルエン 60 g に溶解させ、活性白土マル T（日本活性白土株式会社製）10 g を加えて 80℃ で 30 分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 300 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 8.8 g（収率 88%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行い、純度 99.7% の結果を得た。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 0 9 7】

アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミラン CM-8000）2.5 部をメタノール／n-ブタノール = 1 : 1（W/W）混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0 0 9 8】

一方電荷発生剤として α 型オキシチタニルフタロシアニン（電荷発生剤 No. 3）1.5 部およびポリビニルブチラール樹脂（エスレック BL-S、積水化学工業（株）製）の 3% シクロヘキサノン溶液 50 部に加え、ポットミルにて 24 時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下 110℃ で 30 分間乾燥して膜厚 0.5 μm の電荷発生層を形成した。

【0099】

一方電荷輸送剤として処理品1. 5部をポリカーボネート樹脂（ユーピロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μ mの電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0100】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.0 μ W/cm²の780nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ （ μ J/cm²）および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0101】

〔比較例14〕

スチルベン化合物（電荷輸送剤No. 14）10gをトルエン60gに溶解させ、活性白土マルT（日本活性白土株式会社製）10gを加えて40℃で30分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール300gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.9g（収率89%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度99.6%の結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例14と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0102】

【表 1】

【表 1-1】

実施例 及び 比較例	V ₀ (-V)	V _r (-V)	E _{1/2} ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)
実施例 1	701	3	0.34
比較例 1	692	24	0.39
実施例 2	651	1	0.29
比較例 2	679	12	0.33
実施例 3	609	0	0.21
比較例 3	582	5	0.26
実施例 4	650	3	0.29
比較例 4	656	8	0.30
実施例 5	638	1	0.26
比較例 5	601	19	0.30
実施例 6	595	0	0.19
比較例 6	634	14	0.26
実施例 7	790	19	0.40
比較例 7	752	59	0.56
実施例 8	655	0	0.27
比較例 8	612	3	0.28
実施例 9	622	0	0.15
比較例 9	514	32	0.21
実施例 10	666	0	0.24
比較例 10	631	28	0.38
実施例 11	800	14	0.43
比較例 11	771	63	0.60
実施例 12	649	3	0.37
比較例 12	678	39	0.58
実施例 13	587	0	0.22
比較例 13	580	3	0.24
実施例 14	591	0	0.28
比較例 14	603	3	0.29
実施例 18	620	8	0.33
比較例 18	584	11	0.35
実施例 19	614	0	0.30
比較例 19	610	9	0.32
実施例 20	592	0	0.28
比較例 20	593	4	0.28
実施例 21	542	1	0.22
比較例 21	548	8	0.23
実施例 22	561	0	0.21
比較例 22	570	33	0.40
実施例 23	504	0	0.29
比較例 23	490	3	0.29
比較例 24	693	21	0.38

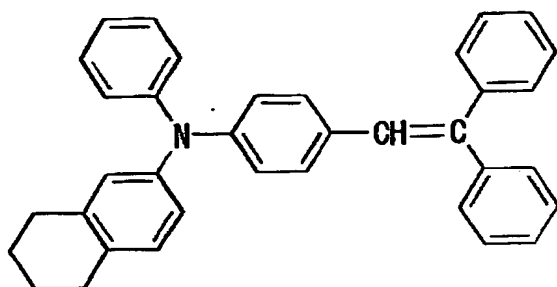
【0103】

【実施例15】

電荷輸送剤としてスチルベン化合物（電荷輸送剤No. 15）

【0104】

【化19】



【0105】

10 g をトルエン 60 g に溶解させ、活性白土マル T（日本活性白土株式会社製）10 g を加えて 80℃ で 30 分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 300 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 9.0 g（収率 90%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度 99.8% の結果を得た。

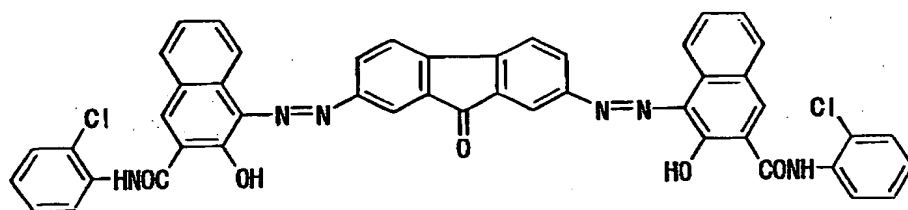
得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0106】

電荷発生剤としてビスアゾ顔料（電荷発生剤No. 5）

【0107】

【化 2 0】



【0 1 0 8】

1. 0部およびポリエステル樹脂（バイロン200、東洋紡(株)製）の5%テトラヒドロフラン溶液8.6部をテトラヒドロフラン83部に加え、メノウ球入りのメノウポットに入れ、遊星型微粒粉碎機（フリッチュ社製）で1時間回転し分散した。得られた分散液を導電性支持体であるアルミ蒸着PETフィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下60℃で2時間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚0.3 μm の電荷発生層を形成した。

【0 1 0 9】

一方電荷輸送剤として処理品1.5部をポリカーボネート樹脂（ユーピロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック(株)製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μm の電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0 1 1 0】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所(株)製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6 kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.01 μx の白色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ (1 $\mu\text{x} \cdot \text{sec}$) および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-2に示した。

【0 1 1 1】

【表 2】

【表 1-2】

実施例 及び 比較例	V ₀ (-V)	V _r (-V)	E _{1/2} (lux·sec)
実施例 1 5	892	3	0.65
比較例 1 5	860	10	0.76
実施例 1 6	833	1	0.69
比較例 1 6	809	10	0.80
実施例 1 7	780	0	0.60
比較例 1 7	752	3	0.62

【0 1 1 2】

【比較例 1 5】

スチルベン化合物（電荷輸送剤 N o. 1 5）1 0 g をトルエン 6 0 g に溶解させ、活性白土マル T（日本活性白土株式会社製）1 0 g を加えて 4 0℃ で 3 0 分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 3 0 0 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 9. 1 g（収率 9 1 %）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 H P L C - 6 A）によって分析を行ったところ、純度 9 9. 7 % の結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例 1 5 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。結果については表 1 - 2 に示した。

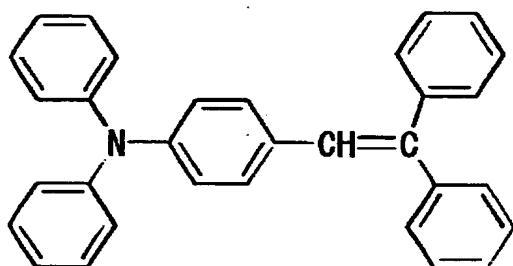
【0 1 1 3】

【実施例 1 6】

実施例 1 5 において電荷輸送剤 N o. 1 5 を用いる代わりに下記スチルベン化合物（電荷輸送剤 N o. 1 6）

【0 1 1 4】

【化 2 1】



【0 1 1 5】

を実施例 1 5 と同様の処理を行い、処理品 8. 8 g (収率 8 8 %) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 7 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 1 5 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。結果については表 1 - 2 に示した。

【0 1 1 6】

【比較例 1 6】

スチルベン化合物 (電荷輸送剤 No. 1 6) を比較例 1 5 と同様の処理を行い、処理品を 9. 0 g (収率 9 0 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 6 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 1 5 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。結果については表 1 - 2 に示した。

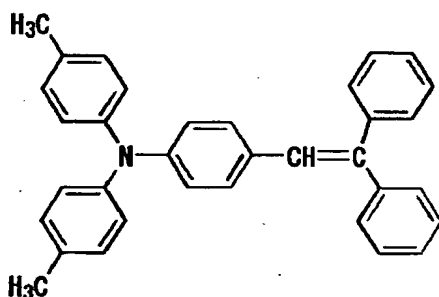
【0 1 1 7】

【実施例 1 7】

実施例 1 5 において電荷輸送剤 No. 1 5 を用いる代わりに下記スチルベン化合物 (電荷輸送剤 No. 1 7)

【0 1 1 8】

【化 22】



【0119】

を実施例15と同様の処理を行い、処理品8.9g（収率89％）を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.6％であった。

得られた処理品を使用して実施例15と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。結果については表1-2に示した。

【0120】

【比較例17】

スチルベン化合物（電荷輸送剤No. 17）を比較例15と同様の処理を行い、処理品を9.0g（収率90％）得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.5％であった。

得られた処理品を使用して実施例15と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。結果については表1-2に示した。

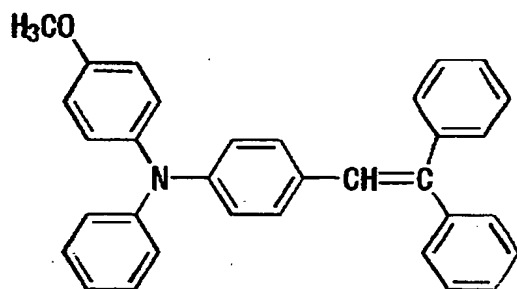
【0121】

【実施例18】

電荷輸送剤としてスチルベン化合物（電荷輸送剤No. 18）

【0122】

【化 2 3】



【0123】

10 g をトルエン 60 g に溶解させ、活性白土マル T（日本活性白土株式会社製）10 g を加えて 80℃ で 30 分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 300 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 8.9 g（収率 89%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度 99.8% という結果であった。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0124】

アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミラン CM-8000）2.5 部をメタノール／n-ブタノール＝1：1（W/W）混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0125】

一方電荷発生剤として α 型オキソチタニルフタロシアニン（電荷発生剤 No. 3）1.5 部およびポリビニルブチラール樹脂（エスレック BL-S、積水化学工業（株）製）の 3% シクロヘキサノン溶液 50 部に加え、ポットミルにて 24 時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下 110℃ で 30 分間乾燥して膜厚 0.5 μm の電荷発生層を形成した。

【0126】

一方電荷輸送剤として処理品1. 5部をポリカーボネート樹脂（ユープロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μ mの電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0127】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.0 μ W/cm²の780nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ （ μ J/cm²）および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0128】

[比較例18]

スチルベン化合物（電荷輸送剤No. 18）10gをトルエン60gに溶解させ、活性白土マルT（日本活性白土株式会社製）10gを加えて40℃で30分間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール300gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.9g（収率89%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行った結果、純度99.7%という結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例18と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

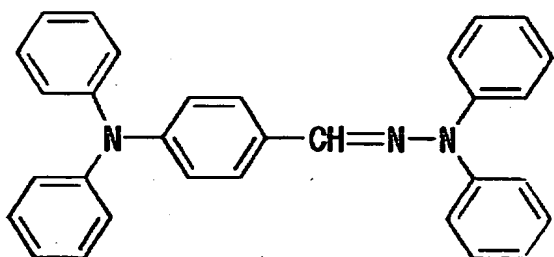
【0129】

[実施例19]

電荷輸送剤としてヒドラゾン化合物（電荷輸送剤No. 19）

【0130】

【化 24】



【0131】

10 g をトルエン 70 g に溶解させ、ガレオンアース V₂（水澤化学工業株式会社製）10 g を加えて 65℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 300 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 9.0 g（収率 90%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度 99.9% の結果を得た。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0132】

アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミラン CM-8000）2.5 部をメタノール／n-ブタノール＝1：1（W/W）混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0133】

一方電荷発生剤として α 型オキシチタニルフタロシアニン（電荷発生剤 No. 3）1.5 部およびポリビニルブチラル樹脂（エスレック BL-S、積水化学工業（株）製）の 3% シクロヘキサノン溶液 50 部に加え、ポットミルにて 24 時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下 110℃ で 30 分間乾燥して膜厚 0.5 μm の電荷発生層を形成した。

【0134】

一方電荷輸送剤として処理品1. 5部をポリカーボネート樹脂（ユープロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μm の電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0135】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6 kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ の780 nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ （ $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ ）および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0136】

[比較例19]

ヒドラゾン化合物（電荷輸送剤No. 19）10 gをトルエン70 gに溶解させ、ガレオンアース V_2 （水澤化学工業株式会社製）10 gを加えて40℃で1時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール300 gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.9 g（収率89%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度99.8%という結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例19と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

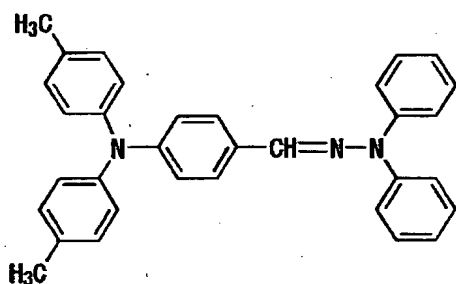
【0137】

[実施例20]

実施例19において電荷輸送剤No. 19を用いる代わりに下記ヒドラゾン化合物（電荷輸送剤No. 20）

【0138】

【化 25】



【0139】

を実施例19と同様の処理を行い、処理品9.1g（収率91％）を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.7％であった。

得られた処理品を使用して実施例19と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0140】

【比較例20】

ヒドラゾン化合物（電荷輸送剤No.20）を比較例19と同様の処理を行い、処理品を9.0g（収率90％）得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は99.6％であった。

得られた処理品を使用して実施例19と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

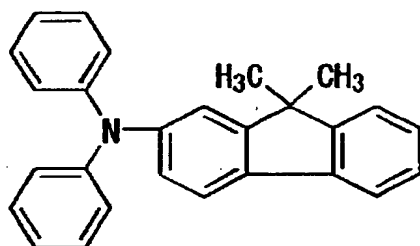
【0141】

【実施例21】

電荷輸送剤としてアミン化合物（電荷輸送剤No.21）

【0142】

【化 2 6】



【0 1 4 3】

10 g をトルエン 60 g に溶解させ、活性白土マル強（日本活性白土株式会社製）10 g を加えて 90℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 200 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 7.9 g（収率 79%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製 HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度 99.8% という結果を得た。

得られた処理品を使用して以下に示す手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 1 4 4】

アルコール可溶性ナイロン（東レ：アミラン CM-8000）2.5 部をメタノール／n-ブタノール = 1 : 1（W/W）混合溶液 100 部に加え完全に溶解させた。この溶液を導電性支持体であるアルミ蒸着 PET フィルムのアルミ面上にワイヤーバーを用いて塗布し、常圧下 110℃ で 10 分間乾燥して膜厚 0.2 μm の下引き層を形成した。

【0 1 4 5】

一方電荷発生剤として γ 型オキシチタニルフタロシアニン（電荷発生剤 No. 3）1.5 部およびポリビニルブチラル樹脂（エスレック BL-S、積水化学工業（株）製）の 3% シクロヘキサノン溶液 50 部に加え、ポットミルにて 24 時間のミリングを行った。得られた分散液を前記の下引き層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下 110℃ で 30 分間乾燥して膜厚 0.5 μm の電荷発生層を形成した。

【0146】

一方電荷輸送剤として処理品1.5部をポリカーボネート樹脂（ユープロンZ、三菱エンジニアリングプラスチック（株）製）の10%トルエン溶液12部に加え超音波をかけて化合物を完全に溶解させた。この溶液を前記の電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、常圧下110℃で30分間、更に減圧下で2時間乾燥して膜厚22 μ mの電荷輸送層を形成せしめて、感光体を作製した。

【0147】

作製した感光体を静電複写紙試験装置（商品名「EPA-8100」川口電気製作所（株）製）を用いて電子写真特性評価を行った。まず、感光体を暗所で-6kVのコロナ放電を行い、このときの帯電電位 V_0 を測定した。次いで1.0 μ W/cm²の780nmの単色光で露光し、半減露光量 $E_{1/2}$ （ μ J/cm²）および光を5秒間照射し続けて残留電位 V_r を求めた。結果については表1-1に示した。

【0148】

[比較例21]

アミン化合物（電荷輸送剤No.21）10gをトルエン60gに溶解させ、活性白土マル強10gを加えて50℃で1時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール200gを滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品8.0g（収率80%）を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度99.7%という結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例21と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

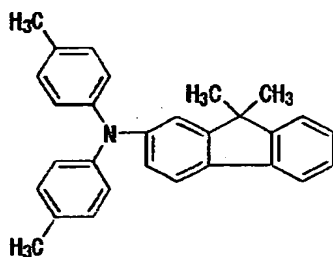
【0149】

[実施例22]

実施例21において電荷輸送剤No.21を用いる代わりに下記アミン化合物（電荷輸送剤No.22）

【0150】

【化 27】



【0151】

を実施例 21 と同様の処理を行い、処理品 8.0 g (収率 80%) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.6% であった。

得られた処理品を使用して実施例 21 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0152】

[比較例 22]

アミン化合物 (電荷輸送剤 No. 22) を比較例 21 と同様の処理を行い、処理品を 8.1 g (収率 81%) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 99.4% であった。

得られた処理品を使用して実施例 21 と同様の手順で感光体を作製し評価した。

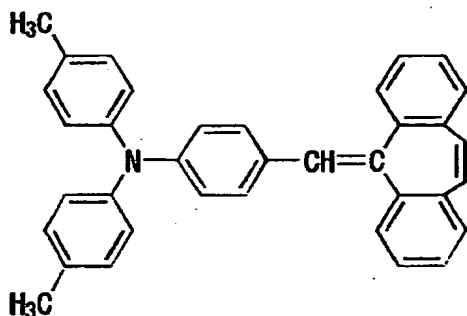
【0153】

[実施例 23]

実施例 21 における電荷輸送剤 No. 21 を用いる代わりに下記アミン化合物 (電荷輸送剤 No. 23)

【0154】

【化 2 8】



【0 1 5 5】

を実施例 2 1 と同様の処理を行い、処理品 7. 9 g (収率 7 9 %) を得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 7 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 2 1 と同様の手順で感光体を作製し電子写真特性評価を行った。

【0 1 5 6】

電荷発生剤は、実施例 2 1 における電荷発生剤 N o. 4 を用いる代わりに α 型オキソチタニルフタロシアニン (電荷発生剤 N o. 3) を用いた。

【0 1 5 7】

[比較例 2 3]

アミン化合物 (電荷輸送剤 N o. 2 3) を比較例 2 1 と同様の処理を行い、処理品を 7. 9 g (収率 7 9 %) 得た。同様に純度分析を行ったところ、純度は 9 9. 6 % であった。

得られた処理品を使用して実施例 2 3 と同様の手順で感光体を作製し評価した。

【0 1 5 8】

[比較例 2 4]

ベンジジン化合物 (電荷輸送剤 N o. 1) 1 0 g をトルエン 6 0 g に溶解させ、活性白土マル強 1 0 g を加えて 5 0 ℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、更にろ液であるトルエン溶液中に活性白土マル強 1 0 g を加えて 5 0 ℃ で 1 時間攪拌した後、ろ過して分離し、トルエン溶液中にメタノール 2 4 0 g を滴下して、結晶を析出させた。これをろ過分離後乾燥して処理品 7. 9 g (収率 7 9 %)

を得た。純度は高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製HPLC-6A）によって分析を行ったところ、純度99.6%という結果を得た。

得られた処理品を使用して実施例1と同様の手順で感光体を作製し評価した。

【0159】

以上の結果からわかるように65℃以上に加熱して活性白土で処理した電荷輸送剤を使用した場合、低温で処理したものに比べて電子写真特性評価において感度が高くかつ残留電位が小さくなっており、精製方法として多大な効果があることがわかる。

【0160】

【発明の効果】

本発明の精製方法によれば、電荷輸送材料を65～200℃に加熱して活性白土で処理することにより効果的に電気特性不良発生源となる不純物を取り除くことができる。この処理を行った優れた材料を用いることにより高感度で残留電位の少ない電荷輸送剤を提供できる。また同様にして、この精製方法は高感度の要求される電子製品材料に広く適用できる。特定の間媒体段階でこの精製方法を適用することによって、やはり優れた電子製品材料を提供できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 電子写真用の電荷輸送材料として量産でき、しかも良好な感度、残留電位等の電気特性が得られ、また疲労時の特性変化が少ない電子写真用感光体を得るため、電気特性を劣化させるような不純物を含有せず、電気特性を満足させる電子製品材料のための精製方法を提供することを目的する。

【解決手段】 電子製品材料またはその中間体を有機溶媒中に溶解させ、該溶液を 65℃～200℃で活性白土と接触させることにより電気特性を向上させることを特徴とする電子製品材料の精製方法。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-199334
受付番号	50000827481
書類名	特許願
担当官	中村 仁美 4128
作成日	平成12年 7月 5日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 6月30日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005315]

1. 変更年月日 1994年12月22日

[変更理由] 住所変更

住 所 神奈川県川崎市幸区堀川町66番地2

氏 名 保土谷化学工業株式会社